

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **07291783 A**

(43) Date of publication of application: **07 . 11 . 95**

(51) Int. Cl

C30B 13/08
C30B 29/06
H01L 21/208

(21) Application number: **06082834**

(71) Applicant: **SUMITOMO METAL IND LTD**

(22) Date of filing: **21 . 04 . 94**

(72) Inventor: **IKEDA NAOKI**

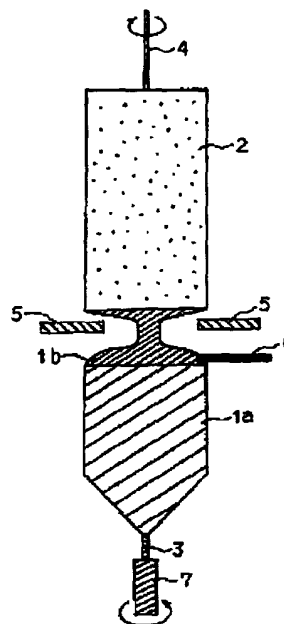
(54) **SILICON SINGLE CRYSTAL AND PRODUCTION THEREOF**

(57) Abstract:

PURPOSE: To provide a silicon single crystal and production method thereof by which even a FZ silicon having a low oxygen content has enough mechanical strength for the production of a device.

CONSTITUTION: (1) This silicon single crystal is produced by a FZ method. The oxygen density in the peripheral part of the crystal is higher than that in the center part. (2) The silicon single crystal is produced by an FZ method by growing a single crystal 1a while a quartz plate 6 is in contact with the edge of the fused part 1b of silicon.

COPYRIGHT: (C)1995,JPO



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-291783

(43) 公開日 平成7年(1995)11月7日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 3 0 B 13/08				
29/06		A 8216-4G		
H 0 1 L 21/208		M		

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平6-82834

(22) 出願日 平成6年(1994)4月21日

(71) 出願人 000002118

住友金属工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

(72) 発明者 池田 直紀

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号住

友金属工業株式会社内

(74) 代理人 弁理士 穂上 照忠 (外1名)

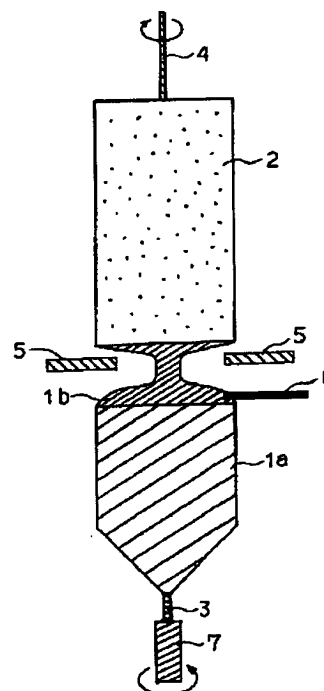
(54) 【発明の名称】 シリコン単結晶およびその製造方法

(57) 【要約】

【目的】 酸素含有量が低いFZシリコンであっても、デバイス製造時の機械的強度を有しているシリコン単結晶とその製造方法を提供する。

【構成】 (1) FZ法によって作製されたシリコン単結晶であって、その周辺部の酸素濃度が中央部の酸素濃度よりも高いシリコン単結晶。

(2) FZ法によってシリコン単結晶を製造する方法であって、シリコン熔融部1bの端部に石英板6を接触させながら単結晶1aを成長させる上記(2)のシリコン単結晶の製造方法。



【特許請求の範囲】

【請求項1】浮遊帯域融解法（FZ法）によって作製されたシリコン単結晶であって、その周辺部の酸素濃度が中央部の酸素濃度よりも高いことを特徴とするシリコン単結晶。

【請求項2】浮遊帯域融解法（FZ法）によってシリコン単結晶を製造する方法であって、シリコン熔融部の端部に石英板を接触させながら単結晶を成長させることを特徴とする請求項1記載のシリコン単結晶の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、デバイスの材料として用いられるシリコン単結晶とその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】現在、デバイスの基板として使用されているシリコン単結晶の大半（約80%）は、石英坩堝内の原料シリコンの熔融液から直接引き上げる回転引き上げ法（以下、CZ法と記す）によって結晶を成長させたものであり、残りは、石英坩堝を用いずに多結晶シリコン棒を局部的に融解し、種結晶に導かれて単結晶化する浮遊帯域融解法（以下、FZ法と記す）により育成されたものである。

【0003】FZ法の最大の特徴は、シリコン単結晶が融液から固化するまでに、炉内の雰囲気ガスを除いて、容器等のいずれの部材にも接触することなく育成されることである。従って、FZ法によって引き上げられたシリコン単結晶（以下、FZシリコンと記す）は、高純度であるという特徴がある。例えば、単結晶に取り込まれる酸素は、CZ法によって引き上げられたシリコン単結晶（以下、CZシリコンと記す）のそれと比べて、極めて低濃度になっている。この優れた高純度特性のため、ドーパントを添加しないFZシリコンの抵抗率は、通常のCZシリコンの場合に50Ωcm以下であるのに対して、300Ωcm以上の高抵抗率となっている。

【0004】このように、FZシリコンは高抵抗率を有するので、主として750～1000Vの高電圧用デバイス（パワーデバイス）用もしくは赤外センサー用の基板として製造されている。

【0005】一方、シリコン単結晶をウエハに加工してデバイス用の基板として使用される際、高温の熱プロセスが繰り返され、ウエハ表面に薄膜が熱的に形成されることになるので、ウエハ表面には局所的に大きな熱応力が加わる。このような熱応力はすべり転位の発生を誘起し、ウエハ面に反りを発生することになるので、デバイス特性を劣化させ、製造歩留りを低下させる。また、ウエハ面の反りが一定の限界を超える場合には、デバイスの製造プロセスにおいても支障を生じることになる。従って、シリコン単結晶をウエハに加工する場合に、デバイス特性の確保およびデバイス製造プロセスに耐えう

る、所定の機械的強度が必要となる。

【0006】ウエハの機械的強度はシリコン単結晶中の酸素濃度に大きく依存しているので、FZシリコンをウエハに加工した場合に、CZシリコンに比べて、機械的強度が不足するという問題がある。

【0007】上記の問題点を解決する手段として、FZシリコン中の酸素濃度を高めるために、結晶成長途中のシリコン単結晶のメルトゾーンに接触使用されるリング状の酸素供給物を用いることが提案されている（例えば、特開平3-247584号公報参照）。

【0008】しかし、提案された酸素供給物を用いることは、シリコン単結晶の全領域にわたって酸素濃度を高めることになり、FZシリコンでありながら、CZシリコンと同程度の酸素濃度を結晶内に均一に有することになる。すなわち、デバイス特性の確保およびデバイス製造プロセス上必要とされる機械的強度は満足できるものの、高純度で高抵抗率を有するウエハによってこそ実現できるパワーデバイス等の基板材料としては、使用することができなくなる。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、低酸素濃度のFZシリコンであっても、デバイス製造プロセス上必要とされる機械的強度を有しているシリコン単結晶とその製造方法を提供することにある。

【0010】

【課題を解決するための手段】本発明は、次の(1)のシリコン単結晶と(2)のシリコン単結晶の製造方法を要旨としている。

【0011】(1) FZ法によって作製されたシリコン単結晶であって、その周辺部の酸素濃度が中央部の酸素濃度よりも高いことを特徴とするシリコン単結晶。

【0012】(2) FZ法によってシリコン単結晶を製造する方法であって、シリコン単結晶の熔融部1bの端部に石英板6を接触させながら単結晶1aを成長させることを特徴とする上記(2)のシリコン単結晶の製造方法（図1参照）。

【0013】

【作用】デバイス製造プロセスにおいて、通常、シリコン単結晶内のすべり転位はシリコン単結晶の周辺部から発生するが、このシリコン単結晶の周辺部は、デバイス製作の際に基板として使用されない。本発明者は、この点に着目して、シリコン単結晶の周辺部のみを高酸素濃度とし、デバイスの基板として使用される中心部を低酸素濃度としたシリコン単結晶を製造すれば、パワーデバイスの基板として使用でき、かつ機械的強度に優れた性質を示すシリコン単結晶を製造できるという知見を得た。本発明は、この知見に基づいて完成されたものであり、以下、本発明の「シリコン単結晶」と「シリコン単結晶の製造方法」について詳細に説明する。

【0014】(1) シリコン単結晶について

本発明のシリコン単結晶は、FZ法によって作製されたものである。また、本発明のシリコン単結晶の周辺部の酸素濃度は、中央部の酸素濃度よりも高くなっている。中央部の酸素濃度は、 2.0×10^{16} atoms/cm³ 以下である。これに対し、周辺部の酸素濃度は $2.0 \times 10^{16} \sim 1.0 \times 10^{18}$ atoms/cm³ 程度であるが、より好ましい酸素濃度は、 $1.0 \times 10^{17} \sim 1.0 \times 10^{18}$ atoms/cm³ である。この濃度の酸素を含有するシリコン単結晶は、機械的強度が飛躍的に向上するからである。

【0015】本発明でいう周辺部とは、ウエハに加工した場合に、デバイス基板として使用されない領域およびその近傍を意味している。従って、周辺部の範囲は、シリコン単結晶の直径やデバイスの作製領域によって異なるものであり、適宜設定すればよい。例えば、直径5インチ（127mm）のシリコン単結晶をウエハ加工した場合の周辺部の範囲は、外周端から5～10mmとなる範囲とすればよい。

【0016】本発明のシリコン単結晶は、ウエハに加工してデバイスを作製する領域、つまりウエハの中央部は高純度で、その領域の抵抗率は $300 \Omega \text{ cm}$ 以上になり、パワーデバイスや赤外センサ用の基板に適している。一方、ウエハの周辺部は酸素濃度が高いので、デバイス製造プロセスにおいて大きな熱応力が加わり、すべり転位を誘起した場合であっても、多量の酸素がすべり転位の移動を固着するのでウエハ面の反りを防止でき、デバイス特性や製造歩留りを低下させることはない。

【0017】(2) シリコン単結晶の製造方法について図1は、本発明方法を用いてシリコン単結晶を製造する過程の概要を説明した図である。

【0018】本発明のシリコン単結晶の製造方法は、FZ法を前提としている。製造に用いられる炉は特別の構成を必要とせず、FZ法に通常用いられる炉構造のもので良い。炉内雰囲気は、炉内を真空にしたのち不活性ガス雰囲気にする。次に、原料である多結晶シリコンインゴット2の先端を、高周波発振器（図示せず）から高周波コイル5に供給する高周波電流によって、熔融し、熔融部1bを作る。次に、熔融部1bを種結晶7に溶着させ、絞りを行うことによって絞り部3を作製する。その後、シリコン多結晶2と絞り部3を互いに反対方向に回転させつつ、絞り部3を下方に引きながら、作製するシリコン単結晶1aが所定の直径（例えば、5インチ）になるように調整する。

【0019】この調整工程の後に、シリコン単結晶1aを成長させる。そのとき、石英板6をシリコン単結晶1aの端から1～5mm程度の位置に接するように固定してシリコン単結晶を成長させる。

【0020】使用される石英板6は、原料をSiO₂とするものであって、その形状は長方形、円形、楕円形等、シリコン単結晶1aとの接触に支障を生じないものであればよい。石英板6を接触させてシリコン単結晶を

成長させることによって、石英板6の熔融した部分から酸素がシリコン単結晶の端部に導入されて、端部は高酸素濃度であるが、中央部はFZ法の特徴を生かした低酸素濃度、かつ高純度であるシリコン単結晶を製造することができる。

【0021】多結晶シリコンインゴット2の加熱方法としては、前記の高周波コイル5のほかに、赤外線ランプ、カーボンヒータを用いる方法、レーザ、電子線等のビームを用いる方法等も利用でき、本発明方法の実施にあたっては、加熱方法に制約はない。

【0022】シリコン単結晶の端部の酸素濃度の調整は、シリコン単結晶1aの回転速度と引き下げ速度を調整することによって、調整できる。

【0023】本発明方法によって製造されたシリコン単結晶の端部は高酸素濃度となるが、中央部は低酸素濃度のままで、高純度となっている。従って、シリコン単結晶をウエハに加工する場合に、デバイス製造時に熱応力が加えられても、ウエハの端部に発生するすべり転位は固着され、ウエハ面の反りが防止される。一方、デバイス加工に使用されるウエハの中央部は高純度であり、パワーデバイスの製造に適している。

【0024】

【実施例】本発明方法を、実施例に基づいて詳細に説明する。

【0025】本発明方法によるシリコン単結晶は、図1に示す製造過程で製造される。図示するように、本発明方法では高純度の多結晶シリコンインゴット2が結晶支持治具4に取り付けられ、次に炉内を真空排気してのち、アルゴンガスを供給して5Torrの不活性ガス雰囲気とする。この後、高周波発振器（図示せず）から高周波コイル5に高周波電流が供給され、多結晶シリコンインゴット2の下端を加熱することによって熔融部1bを形成し、種結晶7に溶着される。その後、発生したすべり転移を単結晶の表面に抜くため、熔融部1bの絞り（直径約3mm、長さ約30mm）を行ってのち、晶癖線によってシリコン単結晶が転位を含んでいないことを確認する。

【0026】シリコン単結晶1aの直径が5インチに成長した時点で、石英板6を熔融部1bの端から5mmの所に接触させた。多結晶シリコンインゴット2の下方への移動速度、回転速度および高周波電力を調節しながら、直径5インチ、インゴット長さ1100mmのシリコン単結晶1aを製造した。

【0027】製造したシリコン単結晶1aの格子間酸素濃度（半径方向の分布）を測定するために、単結晶シリコンインゴット1aを0.6mmの厚さにスライス加工してのち、片面に鏡面研磨を施して、測定用ウエハを加工した。

【0028】図2は、本発明方法で製造したウエハ（直径5インチ）の格子間酸素濃度の半径方向の分布状況を示した図である。この測定にはフーリエ変換型赤外分光

装置 (FT-IR) を使用し、格子間酸素濃度

($[O_i]$) は、 1106cm^{-1} における吸収係数 (α) を用いて、換算係数 (f) を $4.81 \times 10^{17}\text{atoms/cm}^3$ として次

$$[O_i] = f \alpha_{1106} \text{ (atoms/cm}^3\text{)}$$

図2から明らかなように、格子間酸素濃度はウエハの外周部で高くなり、ウエハの端から約15mmの領域で $1.0 \times 10^{17}\text{atoms/cm}^3$ 以上であるのに対し、ウエハの中心から40mmの領域では検出限界 ($1.0 \times 10^{16}\text{atoms/cm}^3$) 以下である。

【0030】一方、比較のために、シリコン単結晶の製造する際に石英板6を接触せずに成長させたシリコン単結晶からウエハを作製し、このウエハにおける格子間酸素濃度の半径方向の分布を測定した。その結果、格子間酸素の濃度は、ウエハ全面にわたって検出限界以下の濃度であった。

【0031】次に、ウエハに発生するすべり転位の状況を測定するために、製造したシリコン単結晶をウエハに加工し、洗浄した後、酸素雰囲気中で1200℃の温度に1時間保持する熱処理を行った。ただし、ウエハの拡散炉への投入および拡散炉から取り出しは、影響を極力少なくするために、2分間で行った。

【0032】図3は、すべり転位の発生数をX線トポグラフ (ラング) 法によって測定した結果を示したものである。図3中の●で示す転位の発生数は、本発明方法によって製造したシリコン単結晶から加工したウエハ25枚の測定結果であり、発生したすべり転位の平均はウエハ1枚当たり32本であった。一方、図3中の○は、比較例のすべり転位の発生数を示している。比較例は、シリコン単結晶を製造する際に石英板6を接触せずに成長させたシリコン単結晶からウエハを加工して、洗浄後、同様の熱処理を施したものである。比較例でも、25枚のウエハを用いて評価を行ったところ、発生したすべり転位の平均は、ウエハ1枚当たり144本であった。

* 式から求めた。

【0029】

... (A)

※【0033】本発明のシリコン単結晶は、その外周部に酸素を高濃度に含有するので、熱応力の誘起によって発生する転位数を減少させることができ、デバイス製造時のウエハの反りが生じない。また、本発明のシリコン単結晶は、デバイスの基板として使用する領域が高純度であるから、パワーデバイス用等の基板として優れた性能を発揮することができる。

【0034】

【発明の効果】本発明のシリコン単結晶は、デバイス製造プロセス上必要とされる機械的強度を有するとともに、パワーデバイス等の基板用として要求される高純度を満たすことができる。また、本発明方法によれば、周辺部が高酸素濃度で、中央部が低酸素濃度、かつ高純度である上記のシリコン単結晶を容易に製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明方法を用いてシリコン単結晶を製造する過程の概要を説明した図である。

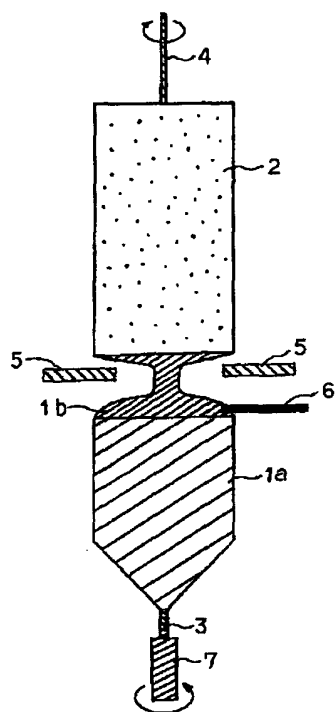
【図2】本発明方法で製造したウエハ (直径5インチ) の格子間酸素濃度の半径方向の分布状況を示した図である。

【図3】本発明例および比較例のシリコン単結晶のすべり転位の発生数を測定した結果を示す図である。

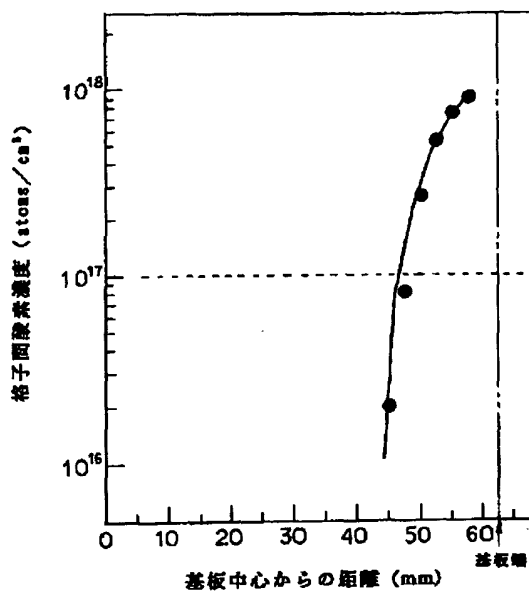
【符号の説明】

- | | |
|----------------|----------|
| 1a、シリコン単結晶 | 1b、熔融部 |
| 2、多結晶シリコンインゴット | 3、絞り部 |
| 4、結晶支持治具 | 5、高周波コイル |
| 6、石英板 | 7、種結晶 |

【図1】



【図2】



【図3】

